

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-267842

(43) 公開日 平成7年(1995)10月17日

| (51) Int.Cl. <sup>6</sup> | 識別記号 | 庁内整理番号 | F I | 技術表示箇所 |
|---------------------------|------|--------|-----|--------|
| A 6 1 K 7/42              |      |        |     |        |
| 7/00                      | E    |        |     |        |
|                           | B    |        |     |        |
|                           | C    |        |     |        |
|                           | W    |        |     |        |

審査請求 未請求 請求項の数14 F D (全 10 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平6-80884

(22) 出願日 平成6年(1994)3月28日

(71) 出願人 000001959

株式会社資生堂

東京都中央区銀座7丁目5番5号

(72) 発明者 吉田 正志

神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株式会社資生堂第一リサーチセンター

(72) 発明者 海塩 健一

神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株式会社資生堂第一リサーチセンター

(72) 発明者 植原 計一

神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株式会社資生堂第一リサーチセンター

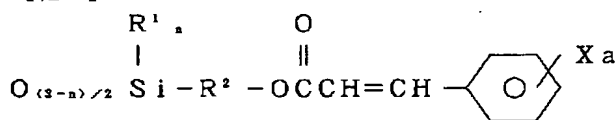
(54) 【発明の名称】 日焼け止め化粧料

(57) 【要約】

【目的】 耐水性および耐油性に優れ、非常に高い紫外線防止効果を有する日焼け止め化粧料を提供する。

【構成】 一般式化1

【化1】



で表わされる単位を少なくとも1個もつシロキサン類であって、前記シロキサン類中に存在する他の単位が、一般式化2

【化2】  $\text{O}_{(4-m)/2} \text{Si}(\text{R}^3)_m$

(前記一般式化1において  $\text{R}^1$  は炭素数1~4のアルキル基又はフェニル基又はトリメチルシロキシ基、 $\text{R}^2$  は少なくとも2個の炭素原子を有する二価の炭化水素基(複素原子Oを有するものを含む)、Xはアルコキシ基、nは0~3の整数、aは2または3の整数、 $\text{R}^3$  は炭素数1~4のアルキル基またはフェニル基又はトリメチルシロキシ基、mは0~3の整数を表す。) で表わさ

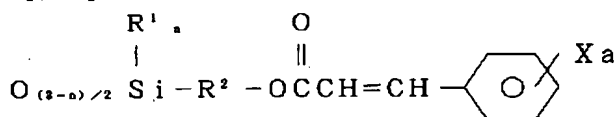
れることを特徴とするシリコン系桂皮酸誘導体と、上記以外の紫外線吸収剤及び/または紫外線散乱剤とを含有することを特徴とする日焼け止め化粧料。

(2)

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 一般式化 1

【化 1】



で表わされる単位を少なくとも 1 個もつシロキサン類であって、前記シロキサン類中に存在する他の単位が、一般式化 2

【化 2】  $\text{O}_{(4-m)/2} \text{Si}(\text{R}^3)_m$ 

(前記一般式化 1 において  $\text{R}^1$  は炭素数 1~4 のアルキル基又はフェニル基又はトリメチルシロキシ基、 $\text{R}^2$  は少なくとも 2 個の炭素原子を有する二価の炭化水素基(複素原子 O を有するものを含む)、X はアルコキシ基、n は 0~3 の整数、a は 2 または 3 の整数、 $\text{R}^3$  は炭素数 1~4 のアルキル基またはフェニル基又はトリメチルシロキシ基、m は 0~3 の整数を表す。) で表わされることを特徴とするシリコン系桂皮酸誘導体と、上記以外の紫外線吸収剤及び/または紫外線散乱剤とを含有することを特徴とする日焼け止め化粧料。

【請求項 2】 請求項 1 において上記以外の紫外線吸収剤がパラアミノ安息香酸系紫外線吸収剤である請求項 1 記載の日焼け止め化粧料。

【請求項 3】 請求項 1 において上記以外の紫外線吸収剤がアントラニク酸系紫外線吸収剤である請求項 1 記載の日焼け止め化粧料。

【請求項 4】 請求項 1 において上記以外の紫外線吸収剤がサリチル酸系紫外線吸収剤である請求項 1 記載の日焼け止め化粧料。

【請求項 5】 請求項 1 において上記以外の紫外線吸収剤が桂皮酸系紫外線吸収剤である請求項 1 記載の日焼け止め化粧料。

【請求項 6】 請求項 1 において上記以外の紫外線吸収剤がベンゾフェノン系紫外線吸収剤である請求項 1 記載の日焼け止め化粧料。

【請求項 7】 請求項 1 において上記以外の紫外線吸収剤が 3-(4'-メチルベンジリデン)-d, 1-カンファー、3-ベンジリデン-d, 1-カンファーウロカニン酸、ウロカニン酸エチルエステル、2-フェニル-5-メチルベンゾキサゾール、2, 2'-ヒドロキシ-5-メチルフェニル-ベンゾトリアゾール、2-(2'-ヒドロキシ-5-t-オクチルフェニル)-ベンゾトリアゾール、ジベンザラジン、ジアニソイルメタン、4-メトキシ-4'-t-ブチル-ジベンゾイルメタン、3-(3, 3-ジメチル-2-ノルボルニリデン)-3-ペンタン-2-オン、カルコン誘導体からなる群より選ばれる 1 種または 2 種以上である請求項 1 記載の日焼け止め化粧料。

【請求項 8】 請求項 1 において上記以外の紫外線散乱

剤が酸化チタン、微粒子酸化チタン、酸化亜鉛、酸化鉄、微粒子酸化鉄からなる群より選ばれる 1 種または 2 種以上である請求項 1 記載の日焼け止め化粧料。

【請求項 9】 請求項 2 においてパラアミノ安息香酸系紫外線吸収剤がオクチルジメチルパラアミノ安息香酸である請求項 1 または 2 記載の日焼け止め化粧料。

【請求項 10】 請求項 3 においてアントラニク酸系紫外線吸収剤がホモメンチル-N-アセチルアントアレートである請求項 1 または 3 記載の日焼け止め化粧料。

【請求項 11】 請求項 4 においてサリチル酸系紫外線吸収剤がオクチルサリシレートある請求項 1 または 4 記載の日焼け止め化粧料。

【請求項 12】 請求項 5 において桂皮酸系紫外線吸収剤がオクチルメトキシシンナメートである請求項 1 または 5 記載の日焼け止め化粧料。

【請求項 13】 請求項 6 においてベンゾフェノン系紫外線吸収剤が 2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノンである請求項 1 または 6 記載の日焼け止め化粧料。

【請求項 14】 基剤としてシリコン系基剤を含有することを特徴とする請求項 1 乃至 13 記載の日焼け止め化粧料。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、シリコン油に溶解し、耐水および耐油性に優れ、かつ UV-B 領域の波長の紫外線吸収特性を有するシリコン系桂皮酸誘導体を配合することを特徴とし、日焼け止め効果、優れた使用性、化粧持ちを高める効果を有する新規な日焼け止め化粧料に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 紫外線はさまざまな変化を皮膚にもたすことが知られている。紫外線を皮膚科学的に分類すると、400~320 nm の UV-A と呼ばれる長波長紫外線、320~290 nm の UV-B と呼ばれる中波長紫外線、290 nm 以下の UV-C と呼ばれる短波長紫外線とに分けられる。通常、人間が暴露される紫外線の大部分は太陽光線であるが、地上に届く紫外線は UV-A および UV-B で、UV-C はオゾン層において吸収されて地上には殆ど達しない。地上にまで達する紫外線のなかで、UV-B は、ある一定量以上の光量が皮膚に照射されると紅斑や水疱を形成し、またメラニン形成が亢進され、色素沈着を生ずる等の変化をもたらす。

【0003】 従って、UV-B から皮膚を保護することは、皮膚の老化促進を予防し、シミ、ソバカスの発生や憎悪を防ぐ意味において極めて重要であり、これまでに、種々の UV-B 吸収が開発されてきた。

## 【0004】

## 【発明が解決しようとする課題】

従来技術の問題点

(3)

3

しかし、実際日焼け止め化粧料として使用する場合には UV-A、UV-B 吸収剤を併用しなければ不十分であり、公知の吸収剤を配合する必要がある。

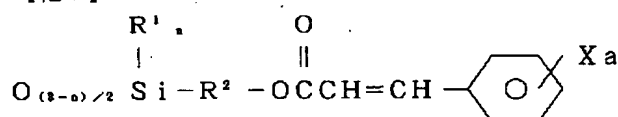
【0005】

【発明の目的】シリコン系桂皮酸誘導体を日焼け止め化粧料として使用する際に、公知の紫外線吸収剤、散乱剤を配合することにより、なお一層効果の高い日焼け止め化粧料を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】即ち、本発明は下記一般式 3

【化 3】



で表わされる単位を少なくとも 1 個もつシロキサン類であって、前記シロキサン類中に存在する他の単位が、一般式 4

【化 4】 $\text{O}_{(4-m)/2} \text{Si} \text{R}^3_m$ 

(前記一般式において  $\text{R}^1$  は炭素数 1~4 のアルキル基又はフェニル基又はトリメチルシロキシ基、 $\text{R}^2$  は少なくとも 2 個の炭素原子を有する二価の炭化水素基(複素原子 O を有するものを含む)、X はアルコキシ基、n は 0~3 の整数、a は 2 または 3 の整数、 $\text{R}^3$  は炭素数 1~4 のアルキル基またはフェニル基又はトリメチルシロキシ基、m は 0~3 の整数を表す。) で表わされることを特徴とするシリコン系桂皮酸誘導体と、上記以外の紫外線吸収剤または紫外線散乱剤とを含有することを特徴とする日焼け止め化粧料に関する。

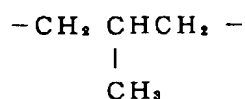
【0007】外用剤基剤としてシリコン系基剤を使用することを特徴とする請求項 1 記載の日焼け止め化粧料である。

【0008】以下、本発明を、詳細に説明する。本発明のシリコン系桂皮酸誘導体は、一般式 3 で表される単位と、一般式 4 で表される単位から構成されるものであり、式中に定義した  $\text{R}^1$  の例としては、メチル、エチル、プロピル、イソプロピル、ブチル、イソブチル、t-ブチル、フェニル基、トリメチルシロキシ基等があげられるが、原料の入手しやすさ等の理由からメチル基またはその一部がフェニル基であること、又はトリメチルシロキシ基であることが好ましい。n は、 $\text{R}^1$  の置換数を表す。 $\text{R}^2$  の例としては、例えば、

【0009】 $-\text{CH}_2\text{CH}_2-$ 、 $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-$ 、 $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-$ 、

【0010】

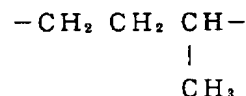
【化 5】



4

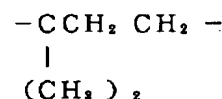
【0011】

【化 6】



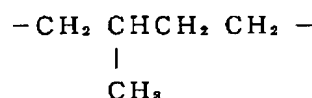
【0012】

【化 7】



【0013】

【化 8】



【0014】 $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2-$ 、ヘキシレン、シクロヘキシレン、デシレン基等があげられるが、炭素数 2~4 のアルキレン基が好ましく、さらにヒドロシリル化反応の副反応が比較的少ないこと等から特に化 8 が好ましい。

【0015】X の例としては、例えばメトキシ基、エトキシ基、イソプロポキシ基等があげられる。いずれも、シリコン系基剤に対する溶解性かつ UV-B 吸収波長に顕著な差はないが、試薬の入手しやすさ等から特にメトキシ基が好ましい。a は、X の置換数を表す。一般式 4 で表されることを特徴とするシロキサン単位において  $\text{R}^3$  は、メチル、エチル、プロピル、イソプロピル、ブチル、イソブチル、t-ブチル、フェニル基、トリメチルシロキシ基等があげられるが、原料の入手しやすさ等の理由からメチル基またはその一部がフェニル基であること、又はトリメチルシロキシ基であることが好ましい。m は、 $\text{R}^3$  の置換数である。

【0016】本発明に用いる基剤はシリコン系桂皮酸誘導体が溶解するものであれば、何れでもよいが、ここで特に、シリコン系基剤を用いると、伸びの良さ、さっぱり感、べとつかない等の使用感や優れた耐水性、耐油性、さらに汗や水に流れにくいなどの機能が得られる。本発明に用いるシリコン系基剤には特に限定はないが、例えばジメチルポリシロキサン、メチルポリシロキサン、メチルヒドロジェンポリシロキサン等の鎖状ポリシロキサン、デカメチルポリシロキサン、ドデカメチルポリシロキサン、テトラメチルテトラヒドロジェンポリシロキサンなどの環状ポリシロキサン、ポリエーテル、脂肪酸変性ポリシロキサン、高級アルコール変性ポリシロキサン、アミノ変性ポリシロキサンが用いられる。

【0017】本発明の日焼け止め化粧料には、通常化粧品や医薬部外品等の皮膚外用剤に用いられる他の成分、例えば油分、潤滑剤、本発明以外の紫外線吸収剤、酸化防止剤、界面活性剤、防腐剤、香料、水アルコール、増

(4)

5

粘剤等を必要に応じて適宜配合することができる。

【0018】ここでいう上記以外の紫外線吸収剤とは以下のものを挙げることができる。安息香酸系のものとして、パラアミノ安息香酸（以下PABAと略す）、グリセリルPABA、エチルジヒドロキシプロピルPABA、N-エトキシレートPABAエチルエーテル、N-ジメチルPABAエチルエーテル、N-ジメチルPABAブチルエーテル、N-ジメチルPABAアミルエーテル、オクチルジメチルPABA。アントラニリック酸系のものとして、ホモメンチル-N-アセチルアントラニレート

サルチル酸系のものとして、アミルサリシレート、メンチルサリシレート、オクチルサリシレート、フェニルサリシレート、ベンジルサリシレート、P-イソプロパノールフェニルサリシレート

桂皮酸系のものとして、オクチルシンナメート、エチル-4-イソプロピルシンナメート、エチル-2, 4-ジイソプロピルシンナメート、メチル-2, 4-ジイソプロピルシンナメート、プロピル-P-メトキシシンナメート、イソプロピル-P-メトキシシンナメート、イソアミル-P-メトキシシンナメート、オクチルメトキシシンナメート、2-エトキシエチル-P-メトキシシンナメート、シクロヘキシル-P-メトキシシンナメート、エチル- $\alpha$ -シアノ- $\beta$ -フェニルシンナメート、2-エチルヘキシル- $\alpha$ -シアノ- $\beta$ -フェニルシンナメート、グリセリルモノ-2-エチルヘキサノイル-ジパラメトキシシンナメート。ベンゾフェノン系のものとして、2, 4-ジヒドロキシベンゾフェノン、2, 2'-ジヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン、2, 2'-ジヒドロキシ-4, 4'-ジメトキシベンゾフェノン、2, 2', 4, 4'-テトラヒドロキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-メトキシ-4'-メチルベンゾフェノン、4-フェニルベンゾフェノン、2-エチルヘキシ-

6

\*ル-4'-フェニルベンゾフェノン-2-カルボキシレート、2-ヒドロキシ-4-n-オクトキシベンゾフェノン、4-ヒドロキシ-3-カルボキシベンゾフェノン。その他のものとして、3-(4'-メチルベンジリデン)-d, 1-カンファー、3-ベンジリデン-d, 1-カンファーウロカニン酸、ウロカニン酸エチルエステル、2-フェニル-5-メチルベンゾキサゾール、2, 2'-ヒドロキシ-5-メチルフェニルベンゾトリアゾール、2-(2'-ヒドロキシ-5-t-オクチルフェニル)-ベンゾトリアゾール、ジベンザラジン、ジアニソイルメタン、4-メトキシ-4'-t-ブチルジベンゾイルメタン、3-(3, 3'-ジメチル-2-ノルボルニリデン)-3-ペンタン-2-オン、カルコン誘導体などがあげられる。また天然物由来の紫外線吸収剤としてフラボノイド誘導体、ピペリン酸誘導体などがあげられる。また代表的な紫外線散乱剤としては以下のようなものをあげることができる。酸化チタン、微粒子酸化チタン、酸化亜鉛、酸化鉄、微粒子酸化鉄などである。

【0019】本発明の日焼け止め化粧料は、特にその適用分野を限定するものではなく、本発明に用いるシリコン系桂皮酸誘導体の特性と目的に応じ、化粧料、医薬部外品等に利用され得るものである。ここで、本発明の日焼け止め化粧料の剤形は任意でありパウダー状、クリーム状、ペースト状、スティック状、液状、スプレー状、ファンデーション等いずれの剤型でもかまわず、また、乳化剤を用いてW/O型及びO/W型に乳化しても良い。また、シリコン系桂皮酸誘導体の含有量は上記の剤形によっても異なるが、一般には本日焼け止め化粧料全量中0.1~20重量%、好ましくは2.0~10重量%である。以下に実施例をあげて、具体的に本発明を説明するが本発明がこれに限定されるべきものではないことを付記する。配合量は重量%である。

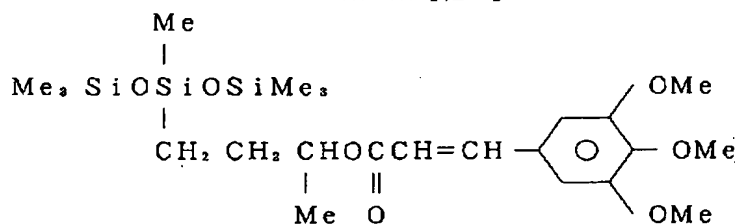
【0020】

実施例1 日焼け止め化粧料（油状タイプ）

|                           |       |
|---------------------------|-------|
| ①デカメチルシクロペンタシロキサン         | 46.0% |
| ②ジメチルポリシロキサン（10CS/25℃）    | 20.0  |
| ③メチルフェニルポリシロキサン（20CS/25℃） | 20.0  |
| ④シリコン樹脂                   | 8.0   |
| ⑤シリコン系桂皮酸誘導体（一般式化9）       | 4.0   |
| ⑥オクチルサリシレート               | 2.0   |

【0021】

※ ※【化9】



【0022】（製法）①~⑥を混合し、十分に溶解した 50 後濾過して製品とする。

(5)

## 【0023】比較例1

\*法で製品を得た。

実施例1の処方中、⑤⑥を除く以外は実施例1同様の方\*

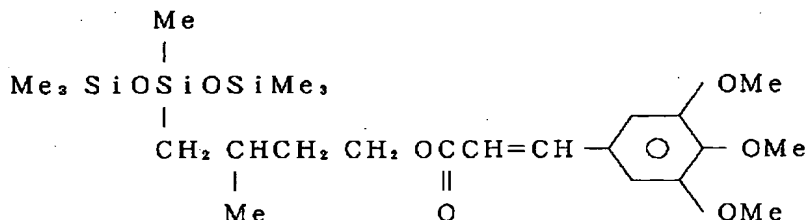
## 【0024】

実施例2 日焼け止め化粧料 (W/Oクリーム)

|                                |       |
|--------------------------------|-------|
| ①オクタメチルシクロテトラシロキサン             | 28.0% |
| ②ジメチルポリシロキサン (100CS/25℃)       | 5.0   |
| ③ジメチルポリシロキサン (2,500,000CS/25℃) | 3.0   |
| ④4-メトキシ-4'-tert-ブチル-ジベンゾイルメタン  | 5.0   |
| ⑤シリコーン系桂皮酸誘導体 (一般式化10)         | 1.5   |
| ⑥ポリエーテル変性シリコーン (400CS/25℃)     | 6.0   |
| (ポリオキシエチレン基含量 20重量%)           |       |
| ⑦精製水                           | 43.1  |
| ⑧L-グルタミン酸ナトリウム                 | 3.0   |
| ⑨1,3-ブチレングリコール                 | 5.0   |
| 10) 防腐剤                        | 0.2   |
| 11) 香料                         | 0.2   |

## 【0025】

※ ※ 【化10】



【0026】(製法) ①~⑥、11) を混合し、加熱溶解して70℃に保ち水相部とする。別に⑦~⑩) を加熱溶解して70℃に保ち水相部とする。この油相部に水相部を添加して乳化機により十分に乳化する。乳化後、かきまぜながら冷却し、35℃以下になったら容器に流し込★

★み放冷して固める。

## 【0027】比較例2

実施例2の処方中④、⑤を除く以外は実施例2と同様にして製品を得た。

## 【0028】

実施例3 日焼け止め化粧料 (O/Wクリーム)

|                        |       |
|------------------------|-------|
| ①デカメチルシクロペンタシロキサン      | 9.0%  |
| ②流動パラフィン               | 3.0   |
| ③イソプロピルミリステート          | 2.0   |
| ④ワセリン                  | 5.0   |
| ⑤セタノール                 | 5.0   |
| ⑥ステアリン酸                | 3.0   |
| ⑦2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン | 3.0   |
| ⑧シリコーン系桂皮酸誘導体 (一般式化9)  | 1.0   |
| ⑨防腐剤                   | 0.2   |
| 10) 香料                 | 0.2   |
| 11) グリセリン              | 10.0  |
| 12) プロピレングリコール         | 5.0   |
| 13) ヒアルロン酸             | 0.01  |
| 14) 水酸化カリウム            | 0.2   |
| 15) 精製水                | 53.39 |

【0029】(製法) ①~⑨) を70℃で加熱攪拌して油相部とする。11)~15) を70℃に加熱し完全溶解した後水相部とする。油相部を水相部に添加し乳化機にて乳化する。乳化物を熱交換器にて30℃まで冷却した後充填して製品を得る。

## ☆ 【0030】比較例3

実施例3の処方中、⑦、⑧を除く以外は実施例3と同様にして製品を得た。

## 【0031】

実施例4 日焼け止めローション

(6)

| 9                          | 10    |
|----------------------------|-------|
| ①ジメチルポリシロキサン (5CS/25℃)     | 10.0% |
| ②メチルフェニルポリシロキサン (20CS/25℃) | 7.0   |
| ③オクチルメトキシシンナメート            | 1.0   |
| ④シリコーン系桂皮酸誘導体 (一般式化9)      | 10.0  |
| ⑤防腐剤                       | 0.2   |
| ⑥香料                        | 0.2   |
| ⑦グリセリン                     | 5.0   |
| ⑧モンモリロナイト                  | 0.5   |
| ⑨水酸化カリウム                   | 0.2   |
| 10) 精製水                    | 65.9  |

【0032】(製法) ①～⑥を70℃で加熱攪拌して油相部とする。⑦～⑩を70℃に加熱溶解し水相部とする。油相部を水相部中に添加し、乳化機にて乳化する。乳化物を熱交換器にて30℃まで冷却した後充填し日焼け止めローションを得る。

\*

#### 実施例5 日焼け止め乳液

|                          |       |
|--------------------------|-------|
| ①環状ジメチルシロキサン (n=5)       | 13.0% |
| ②シリコーン樹脂                 | 20.0  |
| ③流動パラフィン                 | 4.0   |
| ④ソルビタンジイソステアレート          | 3.0   |
| ⑤ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサン | 3.0   |
| ⑥イオン交換水                  | 47.0  |
| ⑦グリセリン                   | 3.0   |
| ⑧微粒子酸化チタン                | 5.0   |
| ⑨シリコーン系桂皮酸誘導体 (一般式化10)   | 2.0   |

【0035】比較例5、実施例5の処方中、⑧、⑨を除く以外は実施例5と同様にして製品を得た。

※

#### 実施例6 油性ファンデーション

|                           |      |
|---------------------------|------|
| ①カオリン                     | 25.0 |
| ②微粒子酸化チタン                 | 15.0 |
| ③酸化鉄                      | 3.0  |
| ④マイクロクリスタンワックス            | 4.0  |
| ⑤流動パラフィン                  | 5.0  |
| ⑥ソルビタンセスキオレート             | 1.0  |
| ⑦酸化防止剤                    | 適量   |
| ⑧香料                       | 適量   |
| ⑨アイソパー (登録商標) G           | 45.0 |
| 10) シリコーン系桂皮酸誘導体 (一般式化10) | 2.0  |

【0037】

【化10】

【0038】比較例6、実施例6の処方中、②、③、10)を除く以外は実施例6と同様にして製品を得た。

【0039】以上のごとくして得られた実施例1～6および比較例1～6について紫外線防止効果の測定を行った。紫外線防止効果の測定は次に示す紫外線感受性組成物を用いて行った。紫外線防止効果の測定は、特開昭62-112020号公報に記載の紫外線感受性組成物を用いて行った。以下に紫外線感受性組成物の製法を述べる。ロイコクリスタルバイオレット1.0g、テトラブ

\* 【0033】比較例4

実施例4の処方中、③、④を除く以外は実施例4と同様にして製品を得た。さらに実施例5、6を以下に示す。

【0034】

※ 【0036】

共重合体10g、トルエン100mlからなる液を調製しI液とする。これとは別に、N、N-ジメチルパラアミノ安息香酸-2-エチルヘキシルエステル7g、エチレン-酢酸ビニル共重合体10g、トルエン100mlからなる液を調整し、II液とする。写真用原紙上に先ずI液を固形分で1g/m<sup>2</sup>になるように塗布し乾燥後、その上にII液を固形分で5g/m<sup>2</sup>のなるように塗布して紫外線感受性組成物を得る。

【0040】この紫外線感受性組成物は紫外線を照射することによってその紫外線照射線量の増加に従って白色→淡紫色→紫色→濃紫色へと呈色する紙である。測定するサンプル40mgをヒマシ油12g中に混合し、ローラ

40

50

(7)

11

一処理を行い均一に分散する。直径 5 cm の円形の上記紫外線感受性組成物の上に透明 PET フィルムを乗せその上にこれの 1.5 g を均一の厚さになるように塗布し、紫外線ランプを 8 分間照射し PET フィルムをサンプルごと除去し呈色した紫外線感受性組成物を、日立 607 分光光度計を用い、紫外線照射量が零の時の紫外線感受性組成物の色を基準にして L A B 座標系で色差を計算した。結果は表 1 に示した。

【0041】

【表 1】

10

| 色 差 |   |    |
|-----|---|----|
| 実施例 | 1 | 21 |
| 比較例 | 1 | 58 |
| 実施例 | 2 | 28 |
| 比較例 | 2 | 45 |
| 実施例 | 3 | 30 |
| 比較例 | 3 | 57 |
| 実施例 | 4 | 22 |
| 比較例 | 4 | 52 |
| 実施例 | 5 | 26 |
| 比較例 | 5 | 45 |
| 実施例 | 6 | 18 |
| 比較例 | 6 | 50 |

【0042】表 1 からわかるように実施例の色素は、そ\*

実施例 7 日焼け止め両用ファンデーション

|                        |       |
|------------------------|-------|
| ①シリコン処理酸化チタン           | 9, 5% |
| ②シリコン処理マイカ             | 40.0  |
| ③シリコン処理タルク             | 20.45 |
| ④シリコン処理酸化鉄             | 7.5   |
| ⑤球状ナイロンパウダー            | 10.0  |
| ⑥トリメチロールプロパントリイソステアレート | 5.0   |
| ⑦スクワラン                 | 3.0   |
| ⑧ビースワックス               | 0.5   |
| ⑨シリコン系桂皮酸誘導体 (一般式 11)  | 2.0   |
| 10) ソルビタントリオレート        | 0.5   |
| 11) 防腐剤                | 0.5   |
| 12) ビタミン E             | 0.05  |
| 13) 香料                 | 0.5   |
| 14) オクチルジメチル PABA      | 0.5   |

【0044】

【化 11】

12

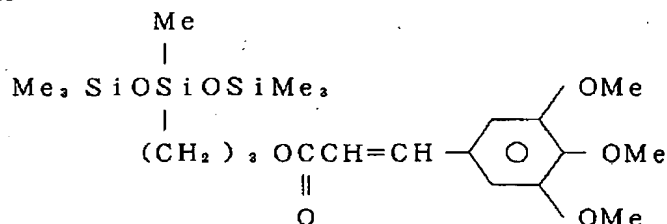
\*れに対応する比較例の色差よりも小さく紫外線防止効果が高くなっていることがわかる。すなわち、本発明のシリコン系桂皮酸誘導体とそれ以外の紫外線吸収剤を併用することにより優れた紫外線防止効果が得られることがわかる。

【0043】

(8)

13

14



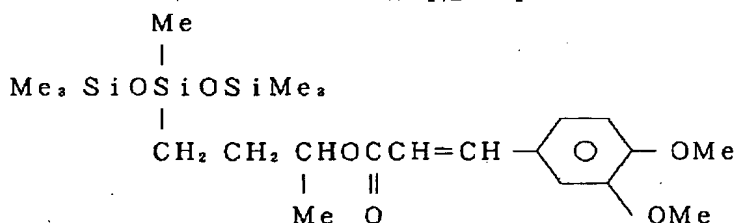
【0045】（製法）①～⑤をヘンシェルミキサーで混  
合し、これに⑥～14）を加熱溶解混合したものゝを添加混  
合した後粉砕し、これを中皿に成型し日焼け止め両用フ＊10  
＊アンダーシェンを得た。実施例7はのびが軽く、自然な  
仕上がりとなり、化粧持ちが良く、紫外線防止効果が持  
続するものであった。

実施例8 日焼け止めスティック化粧料

|                           |       |
|---------------------------|-------|
| ①酸化チタン                    | 10.0% |
| ②酸化亜鉛                     | 7.0   |
| ③マイカ                      | 16.0  |
| ④赤色酸化鉄                    | 1.5   |
| ⑤黄色酸化鉄                    | 1.5   |
| ⑥黒色酸化鉄                    | 1.0   |
| ⑦ジメチルポリシロキサン（20CS/25℃）    | 29.4  |
| ⑧トリメチロールプロパントリエチルヘキサノエート  | 10.0  |
| ⑨流動パラフィン                  | 10.0  |
| 10) マイクロクリスタリンワックス        | 2.0   |
| 11) セレシン                  | 1.0   |
| 12) 固形パラフィン               | 5.0   |
| 13) シリコーン系桂皮酸誘導体（一般式化12）  | 3.0   |
| 14) 香料                    | 0.5   |
| 15) 酸化防止剤                 | 0.1   |
| 16) ソルビタンセスキオレート          | 1.0   |
| 17) ホモメンチル-N-アセチルアントラニレート | 1.0   |

【0046】

※ ※ 【化12】



【0047】（製法）①～⑥をヘンシェルミキサーで混  
合し、⑦～⑨13), 15), 16), 17) を加熱攪拌溶解したもの  
に加え、混合する。次に10) ～12), 14) を溶解したもの  
を上記混合物に添加し、十分混合した後、スティック状に★40  
★成型し、日焼け止めスティック化粧料を得た。実施例8は  
高い紫外線防止効果を有し、且つ、化粧持ちに優れるも  
のであった。

【0048】

実施例9 日焼け止め化粧下地

|                         |      |
|-------------------------|------|
| ①ジメチルポリシロキサン 2CS/25℃    | 19.0 |
| ②グリセリルトリイソステアレート        | 10.0 |
| ③アイソパー（登録商標）G           | 5.0  |
| ④ソルビタンセスキオレート           | 1.0  |
| ⑤ポリオキシエチレン変性オルガノポリシロキサン | 3.0  |
| ⑥精製水                    | 45.0 |
| ⑦1, 3-ブチレングリコール         | 5.0  |
| ⑧酸化亜鉛                   | 10.0 |
| ⑨シリコーン系桂皮酸誘導体（一般式化10）   | 2.0  |



(9)

|           |     |
|-----------|-----|
| 15        | 16  |
| 10) 防腐剤   | 適 量 |
| 11) 酸化防止剤 | 適 量 |
| 12) 香 料   | 適 量 |

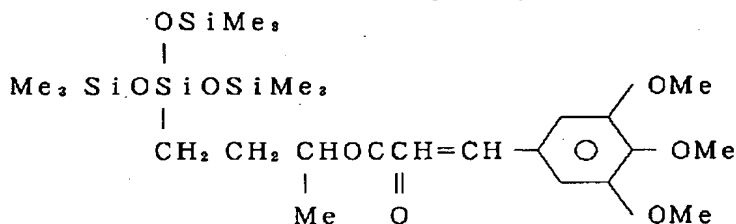
【0049】（製法）①～⑤⑨11) 12) を70℃で攪拌 \*地を得た。実施例9は高い紫外線防止効果を有し、且つ溶解し、これにあらかじめ70℃に加熱した⑥～⑩10) 化粧持ちに優れるものであった。  
を添加し、乳化分散後冷却して目的の日焼け止め化粧下\* 【0050】

実施例10 日焼け止めスティック化粧料

|                             |      |
|-----------------------------|------|
| ①酸化チタン                      | 10.0 |
| ②酸化亜鉛                       | 7.0  |
| ③マイカ                        | 16.0 |
| ④赤色酸化鉄                      | 1.5  |
| ⑤黄色酸化鉄                      | 1.5  |
| ⑥黒色酸化鉄                      | 1.0  |
| ⑦ジメチルポリシロキサン (20CS/25℃)     | 29.4 |
| ⑧トリメチロールプロパントリー2-エチルヘキサノエート | 10.0 |
| ⑨流動パラフィン                    | 10.0 |
| 10) マイクロクリスタリンワックス          | 2.0  |
| 11) セレシン                    | 1.0  |
| 12) 固形パラフィン                 | 6.0  |
| 13) シリコーン系桂皮酸誘導体 (一般式化13)   | 3.0  |
| 14) 香 料                     | 0.5  |
| 15) 酸化防止剤                   | 0.1  |
| 16) ソルビタンセスキオレート            | 0.5  |
| 17) オクチルメトキシシンナメート          | 0.5  |

【0051】

※ ※【化13】



【0052】（製法）①～⑥をヘンシェルミキサーで混合し、⑦～⑩13), 15), 16), 17) を加熱攪拌溶解したものに加え、混合する。次に10)～12), 14) を溶融したものを上記混合物に添加し、十分混合した後、スティック状に★

★成型し、日焼け止めスティック化粧料を得た。実施例10は実施例8と同様高い紫外線防止効果を有し、且つ、化粧持ちに優れるものであった。

【0053】

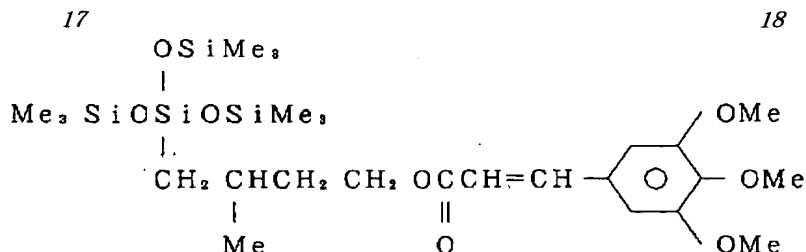
実施例11 日焼け止め化粧下地

|                         |         |       |
|-------------------------|---------|-------|
| ①ジメチルポリシロキサン            | 2CS/25℃ | 19.0% |
| ②グリセリルトリイソステアレート        |         | 10.0  |
| ③アイソパー (登録商標) G         |         | 5.0   |
| ④ソルビタンセスキオレート           |         | 1.0   |
| ⑤ポリオキシエチレン変性オルガノポリシロキサン |         | 3.0   |
| ⑥精製水                    |         | 45.0  |
| ⑦1, 3-ブチレングリコール         |         | 5.0   |
| ⑧微粒子酸化チタン               |         | 10.0  |
| ⑨シリコーン系桂皮酸誘導体 (一般式化14)  |         | 2.0   |
| 10) 防腐剤                 |         | 適 量   |
| 11) 酸化防止剤               |         | 適 量   |
| 12) 香 料                 |         | 適 量   |

【0054】

50 【化14】

(10)



【0055】（製法）①～⑤⑨11）12）を70℃で攪拌溶解し、これにあらかじめ70℃に加熱した⑥～⑧10）を添加し、乳化分散後冷却して目的の日焼け止め化粧下地を得た。実施例11は実施例9と同様高い紫外線防止効果を有し、且つ化粧持ちに優れるものであった。

【0056】

【発明の効果】本発明で用いるシリコン系桂酸誘導体はUV-B領域の波長を十分に防御するものであり、また耐水性および耐油性にも優れているので、基剤や他の配合成分を自由に選べる日焼け止め化粧料を提供することができる。本発明の日焼け止め化粧料はシリコン

系桂皮酸誘導体以外の紫外線吸収剤または散乱剤を併用することにより、非常に高い紫外線防止効果を有する。更に、炎天下などの過酷な条件下に放置した場合においても安定性に優れているという利点を有する。本発明の日焼け止め化粧料においてシリコーン系基剤を用いると上記効果の他に、伸びが良く、さっぱり感があり、べとつかない等の極めて優れた使用性、且つ汗や水に流れにくいという利点（化粧持ちの良さ）をもち、さらにUV-B吸収剤を任意量配合できるので自由に意図する紫外線防止効果を有する日焼け止め化粧料を提供できる。

フロントページの続き

(51) Int. Cl. 6

A 6 1 K 7/44

// C 0 7 F 7/08

識別記号

庁内整理番号

FI

技術表示箇所

**A**